

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-51505

(43)公開日 平成5年(1993)3月2日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 L 29/14	L H A	6904-4 J		
C 0 8 K 5/13		7167-4 J		

審査請求 未請求 請求項の数1(全 8 頁)

(21)出願番号	特願平3-238934	(71)出願人	000003296 電気化学工業株式会社 東京都千代田区有楽町1丁目4番1号
(22)出願日	平成3年(1991)8月27日	(72)発明者	河西 俊明 新潟県西頸城郡青海町大字青海2209番地 電気化学工業株式会社青海工場内
		(72)発明者	加藤 貞信 新潟県西頸城郡青海町大字青海2209番地 電気化学工業株式会社青海工場内

(54)【発明の名称】 ポリビニルアセタール組成物

(57)【要約】

【構成】 ポリビニルアセタール100重量部に対し、エチリデンビスアルキルフェノール系化合物0.01～3重量部を含有するポリビニルアセタール組成物。

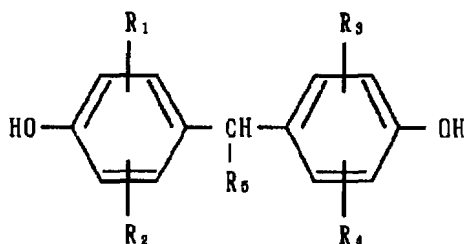
【効果】 ポリビニルアセタール組成物は、ポリビニルアセタールの好ましい特性を損うことなく、耐熱安定性に優れたものである。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ポリビニルアセタールと下記一般式 (I) で表される化合物を含有する組成物において、該ポリビニルアセタール100 重量部に対して下記一般式 (I) で表される化合物を0.01~3 重量部含有することを特徴とするポリビニルアセタール組成物。

【化 1】

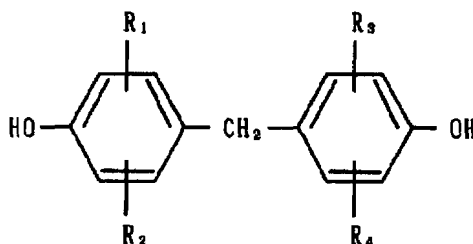
一般式 (I)



(上式中R<sub>1</sub>~R<sub>5</sub>はそれぞれ炭素数 1~4 の炭化水素基を示す)

【発明の詳細な説明】

一般式 (A)



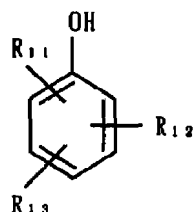
(上式中R<sub>1</sub>~R<sub>4</sub>はそれぞれ 1~4 個の炭素数を有する炭化水素基を示す。)

【0007】また、下記一般式 (B) 又は (C) で示される化合物をポリビニルアセタールに配合する方法が特開昭54-125292 号公報に開示されている。

【0008】

【化 3】

一般式 (B)



【化 4】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は耐熱安定性の優れたポリビニルアセタール組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来より、ポリビニルアセタールは、ポリビニルアルコール (以下、PVA ということがある) をアルデヒドによりアセタール化して製造されており、塗料、接着剤、安全ガラス中間膜等の用途において工業的に広く使用されている。

【0003】 しかしながら、ポリビニルアセタールは耐熱安定性が不十分であり、例えば熱劣化によりその溶液粘度が低下したり、その粒子、溶液、成形品等が着色したりするという問題がある。

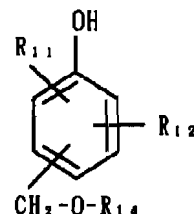
【0004】 これらの問題の改良のため、種々の方法が提案されている。

【0005】 例えば、下記一般式 (A) で示される化合物をポリビニルアセタールに配合する方法が特開昭54-125291 号公報に開示されている。

【0006】

【化 2】

一般式 (C)



[上記一般式 (B) 及び (C) 中、R<sub>11</sub>、R<sub>12</sub> 及び R<sub>13</sub> はそれぞれ水素又は炭素数 1~4 の炭化水素基、R<sub>14</sub> はメチル基又はエチル基を示す。]

【0009】 しかしながら、これらの方法による耐熱性の改良効果は、添加する化合物の昇華性等のため持続性が不十分であったり、添加する化合物自体がキノン構造を形成することによりかえって着色を発生させたりして、十分満足できるものとは言えない。

# 【0010】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記従来技術に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは耐熱安定性の優れたポリビニルアセタール組成物を提供することにある。

# 【0011】

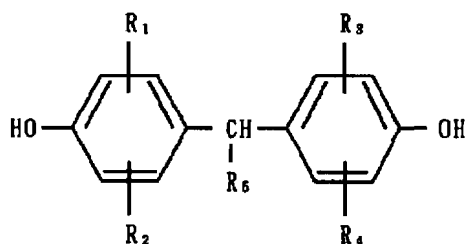
【課題を解決するための手段】本発明者は、種々検討の結果、ポリビニルアセタールに特定の化合物を含有させたポリビニルアセタール組成物が優れた耐熱安定性を示すとの知見を得て、本発明を完成するに至ったものである。

【0012】すなわち、本発明は、ポリビニルアセタールと下記一般式（I）で表される化合物を含有する組成物において、該ポリビニルアセタール100重量部に対して下記一般式（I）で表される化合物を0.01～3重量部含有することを特徴とするポリビニルアセタール組成物である。

# 【0013】

## 【化5】

## 一般式（I）



（上式中 $R_1 \sim R_5$ はそれぞれ炭素数1～4の炭化水素基を示す）

【0014】以下、本発明を詳細に説明する。

【0015】本発明の組成物に含有させる前記一般式（I）で表される化合物〔以下、化合物（I）ということがある〕の具体例として4，4′-ブチリデンビス-（6-*t*-ブチル-3-メチルフェノール）、2，2′-エチリデンビス-（4，6-ジ-*t*-ブチルフェノール）、2，2′-イソブチリデンビス-（4，6-ジ-メチルフェノール）等が挙げられるが、中でも2，2′-エチリデンビス-（4，6-ジ-*t*-ブチルフェノール）が好ましい。

【0016】本発明のポリビニルアセタール組成物が化合物（I）を含有する割合は、ポリビニルアセタール100重量部に対し0.01～3重量部、好ましくは0.02～2重量部である。その割合が0.01重量部未満ではポリビニルアセタール組成物の耐熱安定性の向上が充分でなく、又3重量部を超えた場合にはポリビニルアセタール組成物が加熱により着色しやすくなる。

【0017】本発明の組成物を得るために用いるポリビ

ニルアセタールには特に制限無く、任意のものを用いることができる。

【0018】ポリビニルアセタールは、PVAを原料とし、それをアルデヒドでアセタール化することにより、例えば粉粒状、液状などの形状で得ることができる。本発明で用いるポリビニルアセタールには、カルボン酸ビニルエステル重合体をケン化して得られる通常のPVAをアセタール化したポリビニルアセタールの他に、原料PVAとして共重合、後変性等により変性されたPVAを用いて得られる変性ポリビニルアセタール、また変性、未変性、平均重合度、ケン化度等の異なるPVAを、2種以上組合せて原料PVAとして用いて得られるポリビニルアセタールなども包含される。原料PVAは、酢酸ビニルなどの脂肪酸ビニルエステルの重合体、共重合体を完全に、あるいは部分的にケン化した平均重合度200～4000程度のものを用いるのが一般的である。

【0019】PVAをアセタール化するには次に示す

（1）、（2）及び（3）の方法が一般的であるが、これらに限定されるものではない。

（1）沈殿法：PVA水溶液に酸触媒の存在下、アルデヒドを添加し、アセタール化反応を開始する。その後、アセタール化の進行に伴い沈殿が生成し、以降は不均一系で反応を進める方法。

（2）溶解法：PVA粉末を、ポリビニルアセタールの溶媒に懸濁させて酸触媒の存在下、アルデヒドを添加し、アセタール化反応を開始する。アセタール化の進行とともに、反応物は溶媒に溶解し、その後は均一系で反応を進める方法。

（3）均一系法：PVA水溶液に酸触媒の存在下、アルデヒドを添加してアセタール化反応を開始し、沈殿生成前に、水に相溶性のあるポリビニルアセタールの溶媒を添加し、沈殿の析出を防止しながら、終始均一系で反応を進める方法。

【0020】PVAをアセタール化する反応において用いられるアルデヒドとしては、例えばホルムアルデヒド、アセトアルデヒド、プロピオンアルデヒド、ブチルアルデヒド、クロトンアルデヒド、ベンズアルデヒド等があり、アルデヒドは1種を用いたり、又は2種以上をアセタール化の反応系に共存させて用いて得られるポリビニルアセタールも本発明において使用することができる。アセタール化反応終了に際し、酸触媒は、アルカリ性物質により中和するのが一般的であるが、アルキレンオキサイド類と反応させてもよい。

【0021】本発明の組成物を得る方法には特に制限はなく、化合物（I）を、例えばアセタール化反応系に添加する方法、析出・濾過・乾燥等の工程で添加する方法、これらの工程を経て得られる粉粒状ポリビニルアセタールに添加する方法、ポリビニルアセタールの溶液あるいはエマルジョンに添加する方法、ポリビニルアセタールを含有する塗料、接着剤等に添加する方法、成形物

を得るために用いるポリビニルアセタールの溶液又はコンパウンドに含有させる方法、あるいはこれらを組合せた方法などがある。中でも、化合物（Ⅰ）を、アセタール化反応系に添加する方法、及びアセタール反応終了後であって乾燥前の工程で添加する方法が、ポリビニルアセタールを乾燥粒子状で得る際の加熱乾燥工程において既に効果を発揮するので好ましい。

【0022】ポリビニルアセタールに化合物（Ⅰ）を添加するに際し、ポリビニルアセタールの製造工程等で該化合物（Ⅰ）のロスがある場合は、得られる組成物においてポリビニルアセタール100重量部に対し、該化合物（Ⅰ）の含有量が0.01～3重量部となるように、該化合物の添加量は調節される。

【0023】化合物（Ⅰ）は、そのままポリビニルアセタールに添加してもよいが、アルデヒド、PVA水溶液、アセタール化反应用の媒体、有機溶剤、可塑剤などに溶解又は乳化分散した状態で混合、撒布、浸漬などにより添加配合するなどの任意の方法で行なうことができる。

【0024】本発明の組成物には種々の物質を配合、含有させることができ、配合、含有させる物質としては、例えば未硬化あるいは部分硬化熱硬化性樹脂（フェノール系樹脂、アミノ系樹脂、メラミン系樹脂、これらの変性樹脂等）、無機系あるいは有機系の充填剤（クレー、タルク、炭酸カルシウム、粉状シリカ、カーボンブラック、炭素繊維、ガラス繊維、石粉、ゼオライト、ポリビニルアセタールと相溶性のないプラスチックの粉末等）、可塑剤類、顔料類（カーボン類、酸化チタン、塩基性クロム酸亜鉛系化合物等）、安定剤類、触媒類、染料類、無機塩類、界面活性剤類、等が挙げられる。可塑剤としては、プラスチック用可塑剤として通常使用されるものが使用可能であるが、ポリビニルブチラール系組成物には、分子内にエーテル結合を有するエステル系可塑剤〔トリエチレングリコールジ-2-エチルブチレート、トリエチレングリコールジ-2-エチルヘキソエート、ジ（ブトキシエトキシエチル）アジペート等〕が好ましい。

【0025】本発明の組成物に種々の物質を配合、含有させる割合は、目的に応じて任意に選択することができる。

【0026】

【実施例】以下、本発明を実施例及び比較例により、具体的に説明する。尚、以下、特にことわりのない限り、「部」、「%」はそれぞれ「重量部」、「重量%」を示す。

【0027】実施例1

温度調節及び攪拌装置をそなえた反応容器中で平均重合度1700、ケン化度98.5mol%のPVA 100部を、攪拌下の900部の水に加熱溶解した。攪拌を継続しながらこの水溶液を10℃に保ち、これに35%塩酸60部を加えた。次いでそこに化合物（Ⅰ）として2, 2'-エチリデンビス

-（4, 6-ジ-tert-ブチルフェノール）0.1部をブチルアルデヒド57部に溶解し、その全量を30分間で連続的に添加混合した。添加開始15分後にポリビニルブチラールの粒子が生成した。その後反応系を攪拌下に40℃に昇温し、40℃で4時間保持した。反応終了後水酸化ナトリウム水溶液を添加して該系を中和し、室温まで冷却した。次いで水洗、濾過、乾燥等を行ない白色粉状のポリビニルブチラール組成物を得た。得られた組成物中のポリビニルブチラールのブチラール化度は76%であった。また、得られたポリビニルブチラール組成物中の2, 2'-エチリデンビス-（4, 6-ジ-tert-ブチルフェノール）の含有量は、ポリビニルブチラール100部に対し、0.065部であった。得られた組成物の耐熱安定性を示す粘度安定性、着色安定性を測定し、それらの結果を表1及び2に示す。

【0028】実施例2

化合物（Ⅰ）として2, 2'-エチリデンビス-（4, 6-ジ-tert-ブチルフェノール）0.05部を、その含有率が約50%のアニオン性水系乳化分散液状で、反応容器中で攪拌下の10℃のPVA水溶液に添加し、かつ57部のブチルアルデヒドを30分間かけて連続して添加した以外は実施例1と同様にしてポリビニルブチラール組成物を得た。得られた組成物の上記化合物（Ⅰ）の含有量、粘度安定性、着色安定性の測定結果を表1及び2に示す。

【0029】実施例3

化合物（Ⅰ）として2, 2'-エチリデンビス-（4, 6-ジ-tert-ブチルフェノール）の量を0.03部にした以外は実施例1と同様にしてポリビニルブチラール組成物を得た。得られた組成物の上記化合物（Ⅰ）の含有量、粘度安定性、着色安定性の測定結果を表1及び2に示す。

【0030】実施例4

化合物（Ⅰ）として2, 2'-エチリデンビス-（4, 6-ジ-tert-ブチルフェノール）の量を2.0部にした以外は実施例1と同様にしてポリビニルブチラール組成物を得た。得られた組成物の上記化合物（Ⅰ）の含有量、粘度安定性、着色安定性の測定結果を表1及び2に示す。

【0031】実施例5

化合物（Ⅰ）として2, 2'-エチリデンビス-（4, 6-ジ-tert-ブチルフェノール）の量を0.015部に変更した以外は実施例1と同様にして、ポリビニルブチラール組成物を得た。得られた組成物の上記化合物（Ⅰ）の含有量、粘度安定性、の測定結果を表1及び2に示す。

【0032】実施例6

化合物（Ⅰ）として2, 2'-エチリデンビス-（4, 6-ジ-tert-ブチルフェノール）の量を4部に変更した以外は実施例1と同様にして、ポリビニルブチラール組成物を得た。得られた組成物の上記化合物（Ⅰ）の含有量、粘度安定性、着色安定性の測定結果を表1及び2に

示す。

#### 【0033】実施例7

実施例1の2, 2'-エチリデンビス-(4, 6-ジ-*t*-ブチルフェノール) 0.1部の代りに化合物(I)として4, 4'-ブチリデンビス-(6-*t*-ブチル-3-メチルフェノール) 0.1部を用いた以外は実施例1と同様にして、ポリビニルブチラール組成物を得た。得られた組成物の上記化合物(I)の含有量、粘度安定性、着色安定性の測定結果を表1及び2に示す。

#### 【0034】実施例8

温度調節及び攪拌装置をそなえた反応容器中のメタノール490部、35%塩酸6部の混合溶液を攪拌しながら、それに平均重合度2400、ケン化度98.5モル%のPVA 100部を添加した。次いで攪拌下のこのPVA粒子の懸濁液にアセトアルデヒド37部及びブチルアルデヒド34部を添加し、温度60℃で6時間反応させ、アセトアセタール単位、ブチルアセタール単位を有するポリビニルアセタールのメタノール溶液を得た。反応終了後冷却し、水酸化ナトリウム水溶液を添加混合して反応液を中和した。さらに、その反応液に化合物(I)として2, 2'-エチリデンビス-(4, 6-ジ-*t*-ブチルフェノール) 0.1部を添加混合した。この液に水を添加して粒子を析出させ、水洗、濾過、乾燥して粉粒状のポリビニルアセタール組成物を得た。得られた組成物中のポリビニルアセタールはビニルアセテート単位1.9%、ビニルアルコール単位16.4%であり、アセタール化度81.7% (アセトアセタール単位とブチルアセタール単位との割合は赤外線吸収スペクトルによる測定により重量比で50:50)であった。得られた組成物の上記化合物(I)の含有量、粘度安定性、着色安定性の結果を表1及び2に示す。

#### 【0035】実施例9

実施例1の平均重合度1700、ケン化度98.5モル%のPVA 100部の代りに、平均重合度2400、ケン化度99モル%のPVA 50部と平均重合度500、ケン化度98.5モル%のPVA 50部を併用し、かつ化合物(I)として2, 2'-エチリデンビス-(4, 6-ジ-*t*-ブチルフェノール)の使用量を0.2部にした以外は実施例1と同様にして、ポリビニルブチラール組成物を得た。得られた組成物中のポリビニルブチラールのブチラール化度は77%、2, 2'-エチリデンビス-(4, 6-ジ-*t*-ブチルフェノール)の含有量は、ポリビニルブチラール100部に対し、0.13部であった。得られた組成物の粘度安定性、着色安定性を測定し、それらの結果を表1及び2に示す。

#### 【0036】比較例1

2, 2'-エチリデンビス-(4, 6-ジ-*t*-ブチルフェノール) 0.1部の代りに2, 6-ジ-*t*-ブチルパラクレゾール0.1部を用いたこと以外は実施例1同様

にしてポリビニルブチラール組成物を得た。得られた組成物の2, 6-ジ-*t*-ブチルパラクレゾールの含有量、粘度安定性、着色安定性の測定結果を表1及び2に示す。

#### 【0037】比較例2

2, 2'-エチリデンビス-(4, 6-ジ-*t*-ブチルフェノール)の代りに2, 2'-メチレンビス-(4-メチル-6-*t*-ブチルフェノール) 0.05部を用いたこと以外は実施例1と同様にしてポリビニルブチラール組成物を得た。得られた組成物の2, 2'-メチレンビス-(4-メチル-6-*t*-ブチルフェノール)の含有量、粘度安定性、着色安定性の測定結果を表1及び2に示す。

#### 【0038】比較例3

2, 2'-エチリデンビス-(4, 6-ジ-*t*-ブチルフェノール)を使用しなかったこと以外は実施例1と同様にしてポリビニルブチラールを得た。得られたポリビニルブチラールの粘度安定性、着色安定性の測定結果を表1及び2に示す。

#### 【0039】比較例4

2, 2'-エチリデンビス-(4, 6-ジ-*t*-ブチルフェノール)の量を、0.005部に変更した以外は実施例1と同様にしてポリビニルブチラール組成物を得た。得られた組成物の化合物(I)の含有量、粘度安定性、着色安定性の測定結果を表1及び2に示す。

#### 【0040】比較例5

2, 2'-エチリデンビス-(4, 6-ジ-*t*-ブチルフェノール)の量を、5.0部に変更した以外は実施例1と同様にしてポリビニルブチラール組成物を得た。得られた組成物の化合物(I)の含有量、粘度安定性、着色安定性の測定結果を表1及び2に示す。

#### 【0041】実施例10~12及び比較例6

エタノール/トルエン(重量比<sup>1</sup>/<sub>1</sub>)混合溶媒900部に、比較例3で得たポリビニルブチラール100部及び化合物(I)として2, 2'-エチリデンビス-(4, 6-ジ-*t*-ブチルフェノール)を表2に示す各量ずつ添加し、混合溶解した。得られた液をポリエステルシート上に流延、風乾後、20℃で減圧乾燥して、厚さ約300ミクロンのフィルム状成形物を得た。このフィルムを容器に入れ、120℃のオーブン中で所定日数(2, 4, 6日間)加熱した後、取出し、放冷し、測定法2着色安定性の(2)の方法により、その表面色の黄色度を測定した。この黄色度の値をもって成形物の着色安定性とした。尚、0日の黄色度は、加熱前のフィルムの測定値である。測定結果は表3に示す。

#### 【0042】

#### 【表1】

	添 加 物 質		粘 度 安 定 性		
			溶液粘度 (cps)		
	名 称	含有量 <sup>1)</sup> (部)	0 日 (加熱前)	10 日	30 日
実施例 1	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	0.065	76.9	75.6	76.0
実施例 2	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	0.032	76.5	72.3	69.5
実施例 3	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	0.021	78.8	74.3	67.1
実施例 4	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	1.542	76.9	75.1	71.0
実施例 5	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	0.011	79.3	70.3	60.2
実施例 6	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	2.801	74.7	74.0	72.5
実施例 7	4,4'-ブチリデンビス-(6- <i>t</i> -ブチル-3-メチルフェノール)	0.061	75.8	74.2	70.8
実施例 8	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	0.037	170.8	171.5	169.8
実施例 9	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	0.130	67.2	65.4	63.9
比較例 1	2,6-ジ- <i>t</i> -ブチル-パラクレゾール	0.056	77.4	71.0	54.3
比較例 2	2,2'-メチレンビス-(4-メチル-6- <i>t</i> -ブチルフェノール)	0.032	75.9	68.3	57.8
比較例 3	—	(無添加)	75.3	52.4	18.4
比較例 4	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	0.004	77.9	62.7	48.0
比較例 5	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	3.340	74.2	71.5	71.2

<sup>1)</sup> 組成物中、ポリビニルアセタール100 部に対し添加物質を含有する量 (部)。

【0043】

【表 2】

	添 加 物 質		着 色 安 定 性			
			黄 色 度			
	名 称	含有量 <sup>1)</sup> (部)	0日	2日	4日	6日
実施例 1	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	0.065	-1.6	3.5	5.1	6.3
実施例 2	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	0.032	-1.5	4.0	8.5	11.3
実施例 3	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	0.021	-1.0	5.2	9.5	18.0
実施例 4	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	1.542	-0.6	6.1	10.3	19.0
実施例 5	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	0.011	-0.1	8.0	17.3	30.2
実施例 6	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	2.801	-0.2	12.1	16.9	28.7
実施例 7	4,4'-ブチリデンビス-(6- <i>t</i> -ブチル-3-メチルフェノール)	0.061	-1.3	5.8	7.9	10.9
実施例 8	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	0.037	-0.5	5.0	8.4	12.1
実施例 9	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	0.130	-1.7	4.1	6.3	6.8
比較例 1	2,6-ジ- <i>t</i> -ブチル-バラクレゾール	0.056	-1.5	50.1	68.3	82.5
比較例 2	2,2'-メチレンビス-(4-メチル-6- <i>t</i> -ブチルフェノール)	0.032	-1.2	13.5	25.0	40.2
比較例 3	—	(無添加)	3.0	66.9	92.0	110.9
比較例 4	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	0.004	0.2	12.3	35.1	58.0
比較例 5	2,2'-エチリデンビス-(4,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール)	3.340	0.5	13.9	19.4	39.8

<sup>1)</sup> 組成物中、ポリビニルアセタール100 部に対し添加物質を含有する量 (部)。

【表 3】

【0044】

	化合物 (I) の添加量 <sup>1)</sup> (部)	成形物の着色安定性			
		黄色度			
		0 日	2 日	4 日	6 日
比較例 6	0	4.1	68.3	95.7	115.9
実施例 10	0.02	3.1	9.3	19.8	24.0
実施例 11	0.1	2.9	6.5	9.6	12.4
実施例 12	2.0	3.3	8.5	13.2	20.5

<sup>1)</sup> ポリビニルアセタール100 部に対する化合物 (I) の  
添加量 (部)。

【0045】測定法

【0046】1. 粘度安定性

各実施例及び比較例それぞれで得たポリビニルアセタール組成物、及びポリビニルブチラールを試料とし、それを80℃のオープン中で所定日数(10、30日間)加熱した。次いで、所定日数加熱後の各試料を混合溶媒(エタノール/トルエン=1/1、重量比)に溶解して5%溶液を作製し、その溶液の20℃における粘度をB型回転粘度計を用いて測定した。尚、加熱前の試料の20℃における5%溶液粘度を0日(加熱前)とした。

【0047】2. 着色安定性

(1) 各実施例及び比較例それぞれで得たポリビニルアセタール組成物、ポリビニルブチラールの100 メッシュ篩パス品を試料とし、試料を容器に入れて120℃のオープン中で所定日数(2、4、6日間)加熱する。試料は所定日数経過後オープンより取出し、放冷する。

(2) 次いで、測色色差計(日本電色工業社製Z-1001 DP型)を用いて、試料の表面色の三刺激値X、Y及びZを測定し、下記式にて黄色度を求めた。この黄色度の値

をもって着色安定性を示し、この値が小さいほど着色の度合いが低く、着色安定性が優れていることを示す。

$$\text{黄色度} = (100)(1.28X - 1.06Z) / Y$$

尚、黄色度0日は、加熱前の粉末状(100 メッシュパス)試料の黄色度測定値である。

【0048】3. 添加物質の含有量

各実施例、比較例それぞれで得たポリビニルアセタール組成物を試料とし、それを混合溶媒[エタノール/水=9/1(重量比)]に溶解した液を高速液体クロマトグラフィー(日立製作所製、L-4000 UV DETECTOR、紫外線吸収280nm、L-6000PUMP)を用いて、添加物質の含有量を、予め作成した検量線対比により定量した。定量により得た値は、前記組成物中のポリビニルアセタール100 部に対する量(部)に換算して、添加物質の含有量とした。

【0049】

【発明の効果】本発明のポリビニルアセタール組成物は上述の通り、ポリビニルアセタールの好ましい特性を損なうことなく、耐熱安定性に優れたものである。